

Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/JP05/006002

International filing date: 23 March 2005 (23.03.2005)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: JP
Number: 2004-087380
Filing date: 24 March 2004 (24.03.2004)

Date of receipt at the International Bureau: 28 April 2005 (28.04.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application: 2 0 0 4 年 3 月 2 4 日

出 願 番 号
Application Number: 特 願 2 0 0 4 - 0 8 7 3 8 0

パリ条約による外国への出願
に用いる優先権の主張の基礎
となる出願の国コードと出願
番号

The country code and number
of your priority application,
to be used for filing abroad
under the Paris Convention, is

J P 2 0 0 4 - 0 8 7 3 8 0

出 願 人
Applicant(s): 株式会社トクヤマ

2 0 0 5 年 4 月 1 3 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

小 川



【書類名】	特許願
【整理番号】	TKP0403242
【あて先】	特許庁長官 殿
【発明者】	
【住所又は居所】	山口県周南市御影町 1 番 1 号 株式会社トクヤマ内
【氏名】	和泉 忍
【発明者】	
【住所又は居所】	山口県周南市御影町 1 番 1 号 株式会社トクヤマ内
【氏名】	百田 潤二
【特許出願人】	
【識別番号】	000003182
【氏名又は名称】	株式会社トクヤマ
【代表者】	中原 茂明
【連絡先】	東京都渋谷区渋谷 3 丁目 3 番 1 号 株式会社トクヤマ 知的財産 部 電話 0 3 - 3 4 9 9 - 8 9 4 6
【手数料の表示】	
【予納台帳番号】	003584
【納付金額】	21,000円
【提出物件の目録】	
【物件名】	特許請求の範囲 1
【物件名】	明細書 1
【物件名】	図面 1
【物件名】	要約書 1

【書類名】 特許請求の範囲

【請求項 1】

フォトクロミック化合物が分散した樹脂からなる表面を有するフォトクロミック性光学基材及び当該光学基材の前記表面より外側に存在する反射防止機能を有しない金属酸化物薄膜を含んでなることを特徴とするフォトクロミック性光学物品。

【請求項 2】

前記金属薄膜が単層又は 2 乃至 3 層の複層構造を有する酸化物薄膜である請求項 1 に記載のフォトクロミック性光学物品。

【請求項 3】

前記フォトクロミック性光学基材がフォトクロミック化合物を含有しない光学基材及び当該光学基材の表面を被覆するフォトクロミック化合物が分散した樹脂層を含んでなる請求項 1 又は 2 に記載のフォトクロミック性光学物品。

【請求項 4】

前記金属酸化物薄膜の全膜厚が $0.01 \sim 1 \mu\text{m}$ であることを特徴とする請求項 1 乃至 3 の何れかに記載の光学物品。

【請求項 5】

前記フォトクロミック性光学基材と前記金属酸化物薄膜との間に存在するプライマー層及び／又はハードコート層を更に含む請求項 1 乃至 4 の何れかに記載のフォトクロミック性光学物品。

【請求項 6】

フォトクロミック化合物が分散した樹脂からなる表面を有するフォトクロミック性光学基材の当該表面上に直接又はプライマー層及び／或いはハードコート層を形成した後、1～3 層の金属酸化物薄膜層を形成することを特徴とする請求項 1 に記載のフォトクロミック性光学物品の製造方法。

【書類名】 明細書

【発明の名称】 フォトクロミック性光学物品及びその製造方法

【技術分野】

【0001】

本発明は、耐久性が優れたフォトクロミックプラスチックレンズ等のフォトクロミック性光学物品及びその製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

フォトクロミック眼鏡とは、太陽光のような紫外線を含む光が照射される屋外ではレンズが速やかに着色してサングラスとして機能し、そのような光の照射がない屋内においては退色して透明な通常的眼鏡として機能する眼鏡であり、特にフォトクロミックプラスチックレンズを用いたものは近年その需要が増大している。

【0003】

従来、フォトクロミックプラスチックレンズは、“フォトクロミック性を有しないレンズの表面にフォトクロミック化合物を含浸させる方法（以下、含浸法という）”或いは“モノマーにフォトクロミック化合物を溶解させそれを重合させることにより直接フォトクロミックレンズを得る方法（以下、練り混み法という）”で主に製造されて来たが、含浸法においては基材レンズとしてフォトクロミック化合物が拡散し易い柔らかい基材を用いる必要があり、また練りこみ法においても良好なフォトクロミック性を発現させるためには特殊なモノマー組成物を使用する必要があるという制約がある。近年、このような制約のないフォトクロミック性プラスチックレンズの製法として、プラスチックレンズの表面にフォトクロミック性を有する層（フォトクロミックコート層）を設ける方法（以下、コーティング法という）が注目されている。このコーティング法は、原理的にはどのようなレンズ基材に対してもフォトクロミック性を付与できるという利点を有している。

【0004】

コーティング法においては、レンズ基材にフォトクロミックコート層を強固に密着させることが大きな技術課題であったが、基材に対して高い密着性を有するコート層を与えるコーティング剤として、「シラノール基または加水分解によりシラノール基を生成する基を有するラジカル重合性単量体を含有するラジカル重合性単量体、アミン化合物およびフォトクロミック化合物を夫々特定量含有してなる硬化性組成物」からなるフォトクロミックコーティング剤（特許文献1参照）が開発されるに至り、その実用化が現実のものとなりつつある。

【0005】

【特許文献1】 国際公開第03／011967号パンフレット

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

コーティング法はフォトクロミックレンズの製法として非常に優れた方法であるといえるが、本発明者らが該方法で得られたフォトクロミックレンズについて更なる検討を行ったところ、フォトクロミック層の膜厚が50 μm 以下であるときには、長期間使用するとフォトクロミック層中のフォトクロミック化合物が劣化して発色濃度が低下したり黄変して未発色の状態（紫外線未照射の状態）でもレンズが黄色に着色したりするという問題があることが判明した。

【0007】

フォトクロミック化合物が劣化する原因は、太陽光に含まれる紫外線の暴露が原因であると考えられる。プラスチック材料や有機化合物等の紫外線暴露に対する耐久性を向上させる技術としては、紫外線吸収剤を添加する方法が知られている。しかしながら、紫外線吸収剤をフォトクロミック層に添加することはフォトクロミック反応を阻害するためにフォトクロミック性能の低下を招いてしまう。また、紫外線暴露に対する耐久性を向上させる別の方法としては、プラスチック材料に紫外線が照射されたときに発生するラジカルを

補足するラジカル補足剤を添加することが知られている。しかし、ラジカル捕捉剤は重合禁止剤として作用するため、ラジカル捕捉剤を添加するとフォトクロミック層を硬化させるときに硬化不良が起こってしまう。こういった理由から、フォトクロミック層の厚さが $50\mu\text{m}$ 以下であるような薄膜の場合には、紫外線吸収剤やラジカル補足剤の添加量は大きく制限を受け（少量しか添加することができず）、十分な耐久性向上効果を得ることはできない。

【0008】

そこで本発明は、コーティング法において、優れたフォトクロミック特性及び光未照射状態での高い透明性を維持しつつ耐久性が優れたフォトクロミックレンズを提供することとする。

【課題を解決するための手段】

【0009】

本発明は上記課題を解決すべく鋭意検討を行なった。その結果、コーティング法で得られたフォトクロミックレンズの表面にハードコート処理及び反射防止処理を施したレンズの耐久性が高いこと、反射防止処理を施さずにハードコート処理のみを施した場合には耐久性の向上がみられないことが明らかとなった。なお、反射防止処理とは、高級グレードのレンズにおいて、レンズの表面反射率を低減し、ちらつきを抑え見やすくするために行なわれる処理であり、レンズ表面に屈折率の異なる金属酸化物を交互に5層～7層積層するものである。このような処理には特殊な装置と手間を要し、コストが高くなるため、汎用グレードのレンズでは反射防止処理は行なわれないことが多い。

【0010】

本発明者等は上記のような結果が得られた原因は、フォトクロミック化合物の劣化に寄与する酸素の遮蔽効果がハードコート層と金属酸化物層とでは大きく異なり、金属酸化物層の酸素遮蔽効果が極めて高いことにあるのではないかと考え、金属酸化膜の形成によるフォトクロミック性の耐久性について更に検討を行なった。その結果、反射防止処理のように屈折率の異なる金属酸化物を5～7層形成せずに、反射防止効果を発現するには至らない単層若しくは3層以下の金属酸化物層を形成した場合にも高い耐久性向上効果が得られることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0011】

即ち、本発明は、フォトクロミック化合物が分散した樹脂からなる表面を有するフォトクロミック性光学基材及び当該光学基材の前記表面より外側に存在する反射防止機能を有しない金属酸化物薄膜層を含んでなることを特徴とするフォトクロミック性光学物品である。

【0012】

また、他の本発明は、フォトクロミック化合物が分散した樹脂からなる表面を有するフォトクロミック性光学基材の当該表面上に直接又はプライマー層及び／或いはハードコート層を形成した後、1～3層の金属酸化物薄膜層を形成することを特徴とする上記本発明のフォトクロミック性光学物品の製造方法である。

【発明の効果】

【0013】

本発明のフォトクロミック性光学物品は、フォトクロミック性の耐久性が優れており、長期間使用してもフォトクロミック化合物が未発色の状態で黄色に着色したり、発色状態における色の濃度が低下しないという特徴を有する。しかもこのような効果を得るために形成する酸化物層は例えば1～3層と少ないため、酸化防止処理と比べてコスト面のメリットが大きく、汎用レンズとしても十分使えるものである。

【発明を実施するための最良の形態】

【0014】

以下、図面を参照して本発明の光学物品100について説明する。図1は代表的な本発明の光学物品100の断面図である。該光学物品100は、フォトクロミック化合物が分散した樹脂からなる表面202を有するフォトクロミック性光学基材200及び当該光学

基材の前記表面より外側に存在する反射防止機能を有しない金属酸化物薄膜層 300 を含んでなる。

【0015】

ここで、フォトクロミック性光学基材としては、少なくともその表面層部分がフォトクロミック化合物を含有している樹脂からなる透明性の基材であれば特に限定されず、含浸法、練り込み法或いはコーティング法で製造されるフォトクロミックプラスチックレンズ、ガラス等の透明基材にコーティング法と同様にしてフォトクロミック性を付与した基材等、公知の光学基材が何ら制限なく使用できる。

【0016】

例えば、含浸法で製造されるフォトクロミックプラスチックレンズとしては、米国特許第 5739243 号明細書に開示されているものが好適に使用できる。また、練り込み法で製造されるフォトクロミックプラスチックレンズとしては、国際公開第 01/05854 号パンフレットに開示されている硬化性組成物に開示されている「A) 単独重合したときに得られる重合体の L スケールロックウェル硬度が 40 以下である重合性単量体、B) 単独重合したときに得られる重合体の L スケールロックウェル硬度が 60 以上である 3 官能以上の多官能性重合体、C) 単独重合したときに得られる重合体の L スケールロックウェル硬度が 60 以上である 2 官能性重合性単量体、及びフォトクロミック化合物を含んでなり、硬化体の硬度が 60 以上であることを特徴とする硬化性組成物」を硬化させて得られるものが好適に使用できる。また、コーティング法で製造されるフォトクロミックプラスチックレンズ或いはガラス等の透明基材にコーティング法と同様にしてフォトクロミック性を付与した基材としては、通常の（フォトクロミック性を有しない）プラスチックレンズ基材或いはガラス等の透明性基材の表面に国際公開第 03/011967 号パンフレットに開示されている「シラノール基または加水分解によりシラノール基を生成する基を有するラジカル重合性単量体を含有するラジカル重合性単量体、アミン化合物およびフォトクロミック化合物を夫々特定量含有してなる硬化性組成物」或いは該硬化性組成物からアミン化合物を除いた硬化性組成物からなるコーティング剤を施用してフォトクロミックコート層を形成したものが好適に使用できる。

【0017】

これらフォトクロミック性光学基材の中でも、前記したような基材に対する制約が少ないという理由から図 1 に示すようなコーティング法により得られるものを使用するのが好適である。以下、コーティング法で得られるフォトクロミック性光学基材について詳しく説明する。

【0018】

コーティング法では、フォトクロミック化合物を含有しない光学基材（図 1 における 201）の表面にフォトクロミックコーティング剤を施用して該光学基材の表面を被覆するフォトクロミック化合物が分散した樹脂層（図 1 における 202 に相当する。）を形成する。このとき使用するフォトクロミック化合物を含有しない光学基材としては、透明性を有する基材であれば特に限定されず、ガラス、プラスチック、セラミックスの何れであってもよい。具体的には、例えば、（メタ）アクリル系樹脂、ポリカーボネート系樹脂、アリル系樹脂、チオウレタン系樹脂、ウレタン系樹脂、チオエポキシ系樹脂、ポリエチレンテレフタレート、ポリプロピレン、ポリエチレン、ポリスチレン、エポキシ樹脂、ポリ塩化ビニル等のプラスチック樹脂；無機ガラス、石英ガラス、透光性セラミック等、公知の材料からなる基材が何ら制限なく使用できる。なお、これら基材は、プライマー処理やプラズマ処理或いはコロナ放電処理等の表面処理が施されたものであってもよい。このような表面処理としては、例えば、塩基性水溶液又は酸性水溶液による化学的処理、研磨剤を用いた研磨処理、大気圧プラズマおよび低圧プラズマ等を用いたプラズマ処理等を挙げることができる。

【0019】

好適に使用できるフォトクロミックコーティング剤としては、ラジカル重合性単量体 100 重量部に対して光重合開始剤 0.001～5 重量部、フォトクロミック化合物 0.0

1～20重量部、特に0.05～15重量部を含有する粘度20～1000cP、特に50～500cPの光重合硬化性のコーティング剤を挙げることができる。

【0020】

フォトクロミック化合物としては、フルギミド化合物、スピロオキサジン化合物、クロメン化合物等の公知のフォトクロミック化合物が制限無く使用することができる。上記のフルギミド化合物、スピロオキサジン化合物およびクロメン化合物としては、例えば特開平2-28154号公報、特開昭62-288830号公報、WO94/22850号明細書、WO96/14596号明細書などに記載されている化合物が好適に使用できる。また、優れたフォトクロミック性を有する化合物として、特開2001-114775号、特開2001-031670号、特開2001-011067号、特開2001-011066号、特開2000-347346号、特開2000-344762号、特開2000-344761号、特開2000-327676号、特開2000-327675号、特開2000-256347号、特開2000-229976号、特開2000-229975号、特開2000-229974号、特開2000-229973号、特開2000-229972号、特開2000-219687号、特開2000-219686号、特開2000-219685号、特開平11-322739号、特開平11-286484号、特開平11-279171号、特開平10-298176号、特開平09-218301号、特開平09-124645号、特開平08-295690号、特開平08-176139号、特開平08-157467号等に記載された化合物も好適に使用することができる。

【0021】

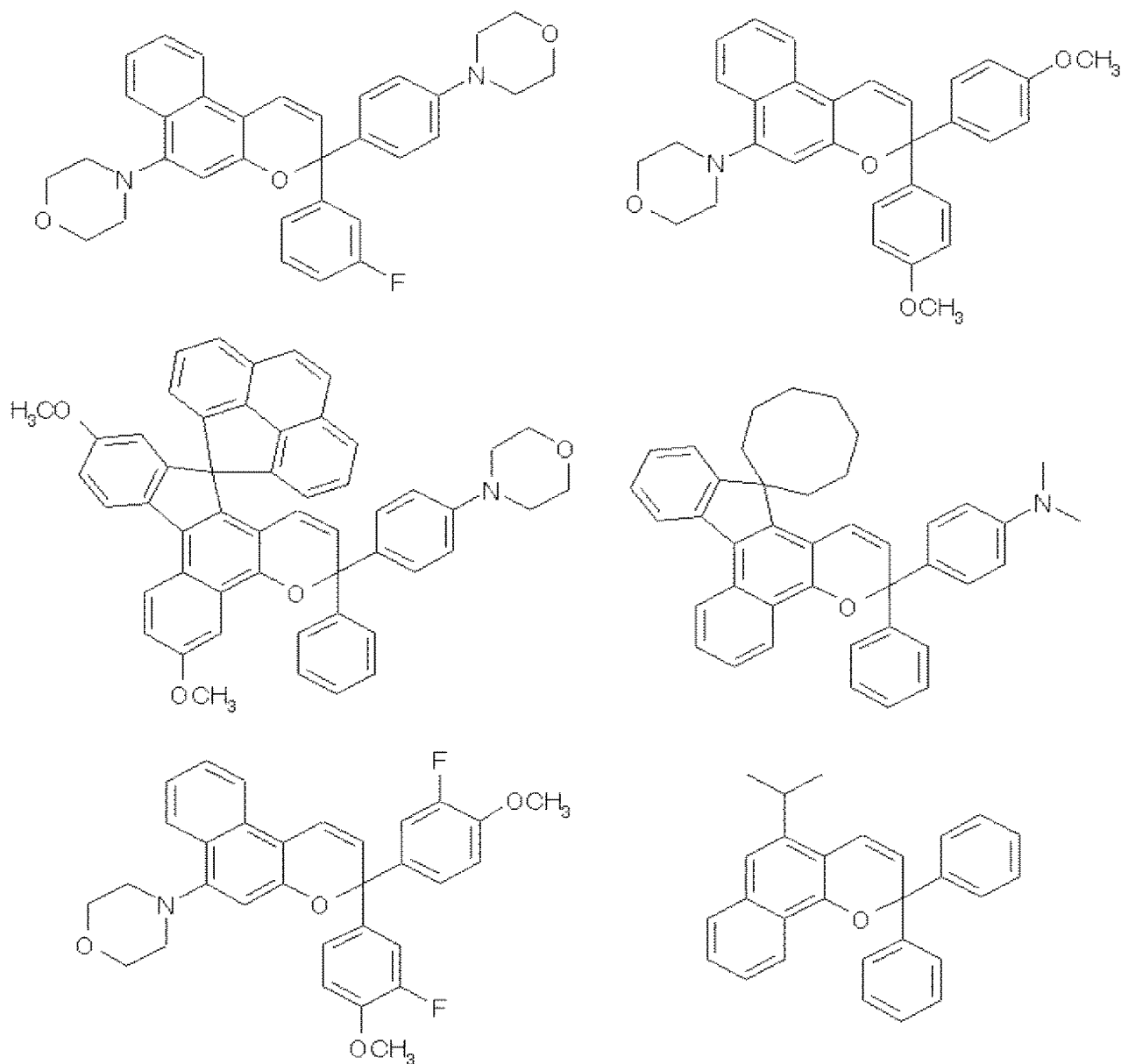
これらフォトクロミック化合物の中でも、クロメン系フォトクロミック化合物は、フォトクロミック特性の耐久性が他のフォトクロミック化合物に比べ高く、さらにフ発色濃度および退色速度が他のフォトクロミック化合物に比べて良好であるため特に好適に使用することができる。その具体例として、国際公開01/60811号パンフレット、米国特許6340765号、米国特許6525194号記載の化合物を挙げることができる。

【0022】

本発明で好適に使用できるフォトクロミック化合物を具体的に例示すれば、次のような化合物を挙げることができる。

【0023】

【化1】



【0024】

これらフォトクロミック化合物は適切な発色色調を発現させるため、複数の種類のものを適宜混合して使用することができる。

【0025】

前記基材の少なくとも表層部を構成するフォトクロミック光学基材におけるフォトクロミック化合物の濃度は、良好な発色濃度が得られるという観点から0.002～20重量%の範囲であるのが好適である。初期着色（光未照射状態での着色を言う）が低く良好な発色濃度が実現されるという観点から、前記基材が練り込み法で製造されるフォトクロミックプラスチックレンズのように基材全体がフォトクロミック化合物の分散した樹脂で構成されるものである場合には、フォトクロミック化合物の含有量は0.01～1重量%の範囲が特に好ましい。また、コーティング法で得られるフォトクロミックプラスチックレンズのように例えば厚さ10～100 μ mの表層部分のみがフォトクロミック化合物の分散した樹脂で構成されるものである場合には、同様の理由から該表層部におけるフォトクロミック化合物の含有量は0.1～15重量%の範囲であるのが特に好ましい。

【0026】

また、フォトクロミックコーティング剤には、その黄変防止や成形性の向上、さらにはフォトクロミック化合物を添加時のフォトクロミック化合物の耐久性の向上、発色速度の向上、退色速度の向上等のために、界面活性剤、酸化防止剤、ラジカル補足剤、紫外線安定剤、紫外線吸収剤、離型剤、着色防止剤、帯電防止剤、蛍光染料、染料、顔料、香料、可塑剤等の添加剤が含まれていてもよい。

【0027】

界面活性剤としては、ノニオン系、アニオン系、カチオン系の何れも使用できるが、ラジカル重合性単量体への溶解性からノニオン系界面活性剤を用いるのが好ましい。好適に使用できるノニオン系界面活性剤を具体的に挙げると、ソルビタン脂肪酸エステル、グリセリン脂肪酸エステル、デカグリセリン脂肪酸エステル、プロピレングリコール・ペンタエリスリトール脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビット脂肪酸エステル、ポリオキシエチレングリセリン脂肪酸エステル、ポリエチレングリコール脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンフィトステロール・フィトスタノール、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンヒマシ油・硬化ヒマシ油、ポリオキシエチレンラノリン・ラノリンアルコール・ミツロウ誘導体、ポリオキシエチレンアルキルアミン・脂肪酸アミド、ポリオキシエチレンアルキルフェニルホルムアルデヒド縮合物、単一鎖ポリオキシエチレンアルキルエーテル、シリコン系界面活性剤、フッ素系界面活性剤等を挙げることができる。界面活性剤の使用に当たっては、2種以上を混合して使用してもよい。界面活性剤の添加量は、フォトクロミックコーティング剤全体の重量を100重量部としたときに0.1～20重量部の範囲とするのが好ましい。

【0028】

また、酸化防止剤、ラジカル補足剤、紫外線安定剤、紫外線吸収剤としては、ヒンダードアミン光安定剤、ヒンダードフェノール酸化防止剤、フェノール系ラジカル補足剤、イオウ系酸化防止剤、ベンゾトリアゾール系化合物、ベンゾフェノン系化合物等を好適に使用できる。これら酸化防止剤、ラジカル補足剤、紫外線安定剤、紫外線吸収剤は、2種以上を混合して使用しても良い。さらにこれらの非重合性化合物の使用に当たっては、界面活性剤と酸化防止剤、ラジカル補足剤、紫外線安定剤、紫外線吸収剤を併用して使用しても良い。これら酸化防止剤、ラジカル補足剤、紫外線安定剤、紫外線吸収剤の添加量は、フォトクロミックコーティング剤全体の重量を100重量部としたときにそれぞれ0.001～10重量部の範囲とするのが好ましい。

【0029】

これら安定剤の中でも、特に有用な安定剤として、ヒンダードアミン光安定剤を使用するのが好適である。その中でも、フォトクロミック化合物の劣化防止効果が高いことから、ビス(1,2,2,6,6-ペンタメチル-4-ピペリジル)セバケート、旭電化工業(株)製アデカスタブLA-52、LA-62、LA-77、LA-82等を使用するのが特に好適である。これらヒンダードアミンの添加量としては、同様の基準で0.001～20重量部、特に0.1～10重量部の範囲とするのが好ましく、1～10重量部の範囲とするのが最も好適である。

【0030】

このようなフォトクロミックコーティング剤は、コーティング法によりフォトクロミクレンズを製造する場合に好適なコーティング剤として、本発明者等が提案したもの(国際公開第03/011967号パンフレット、特願2002-354291及び特願2002-372835号)を含んでおり、このようなコーティング剤を具体的に示せば以下(1)～(4)のようなものを挙げることができる。

(1) ヱーメタクリロイルオキシプロピルトリメトキシシラン5重量部、トリメチロールプロパントリメタクリレート20重量部、2,2-ビス(4-メタクリロイルオキシエトキシフェニル)プロパン35重量部、ポリエステルオリゴマーヘキサアクリレート(ダイセル・ユーシービー社:EB1830)10重量部、平均分子量532のポリエチレン

グリコールジアクリレート 20 部、グリシジルメタクリレート 10 部からなる重合性単量体 100 重量部に、フォトクロミック化合物を 3 重量部、N-メチルジエタノールアミンを 5 重量部、ビス(1, 2, 2, 6, 6-ペンタメチル-4-ピペリジル)セバケートを 5 重量部、光重合開始剤として IRUGACURE 1800 を 0.4 重量部含んでなる、25℃における粘度が 100～140 センチポアズのコーティング剤。

【0031】

(2) 4, 4'-ジフェニルメタンビスマレイミド 1.5 重量部、トリメチロールプロパントリメタクリレート 18.5 重量部、平均分子量 776 の 2, 2-ビス(4-アクリロイルオキシポリエチレングリコールフェニル)プロパン 30 重量部、平均分子量 532 のポリエチレングリコールジアクリレート 20 重量部、ウレタンオリゴマーヘキサアクリレート 20 重量部、グリシジルメタクリレート 10 重量部からなる重合性単量体 100 重量部に、フォトクロミック化合物を 3 重量部、N-メチルジエタノールアミンを 3 重量部、ビス(1, 2, 2, 6, 6-ペンタメチル-4-ピペリジル)セバケートを 5 重量部、光重合開始剤としてビス(2, 4, 6-トリメチルベンゾイル)-フェニルフォスフィンオキサイドを 0.5 重量部含んでなる、25℃における粘度が 110～150 センチポアズのコーティング剤。

【0032】

(3) ャーメタクリロイルオキシプロピルトリメトキシシラン 10 重量部、トリメチロールプロパントリメタクリレート 20 重量部、平均分子量 532 のポリエチレングリコールジアクリレート 20 重量部、ウレタンオリゴマーヘキサアクリレート 30 重量部、グリシジルメタクリレート 10 重量部、ヒドロキシピバリン酸ネオペンチルグリコールジアクリレート 10 重量部からなる重合性単量体 100 重量部に、フォトクロミック化合物を 3 重量部、N-メチルジエタノールアミンを 5 重量部、ビス(1, 2, 2, 6, 6-ペンタメチル-4-ピペリジル)セバケートを 5 重量部、重合開始剤としてビス(2, 4, 6-トリメチルベンゾイル)-フェニルフォスフィンオキサイドを 0.4 重量部含んでなる、25℃における粘度が 90～130 センチポアズのコーティング剤。

【0033】

(4) 2-イソシアナトエトキシメタアクリレート 10 重量部、トリメチロールプロパントリメタクリレート 15 重量部、2, 2-ビス(4-メタクリロイルオキシエトキシフェニル)プロパン 40 重量部、ポリエステルオリゴマーヘキサアクリレート(ダイセル・ユーシービー社: EB1830) 10 重量部、平均分子量 532 のポリエチレングリコールジアクリレート 15 部、グリシジルメタクリレート 10 部からなる重合性単量体 100 重量部に、フォトクロミック化合物を 3 重量部、ビス(1, 2, 2, 6, 6-ペンタメチル-4-ピペリジル)セバケートを 5 重量部、光重合開始剤として IRUGACURE 1800 を 0.5 重量部含んでなる、25℃における粘度が 110～150 センチポアズのコーティング剤。

【0034】

コーティング法では、このようなフォトクロミックコーティング剤を、必要に応じてプライマー処理や表面処理を施したフォトクロミック化合物を含有しない光学基材の表面にスピンコート等の方法により塗布した後に、紫外線照射をする等の方法により該フォトクロミックコーティング剤を硬化させればよい。なお、フォトクロミック特性の観点から、フォトクロミックコーティング層の平均厚さは 20～80 μm 、特に 25～60 μm とするのが好適である。

【0035】

本発明の光学物品における反射防止機能を有しない金属酸化物薄膜層としては、反射防止機能を有しない透明性を有する金属酸化物薄膜層であれば特に限定されず、酸化珪素、酸化チタン、酸化ジルコニウム、酸化スズ、酸化亜鉛、酸化セリウム、酸化鉄等からなる薄膜が使用できる。これらの中でも、着色を有さないという点から、酸化珪素、酸化チタン、酸化ジルコニウム、酸化スズ及び酸化亜鉛からなる群より選ばれる少なくとも 1 種の金属酸化物からなる薄膜層であるのが好適である。金属酸化物が複合酸化物である場合の

例としては、酸化チタン／酸化ジルコニウム／酸化スズ系複合金属酸化物や酸化チタン／酸化ジルコニウム／酸化珪素系複合金属酸化物等を挙げることができる。これらの中でも、太陽光の暴露による耐久性を向上させる効果が高いという観点から、酸化珪素、酸化チタン及び酸化亜鉛からなる群より選ばれる少なくとも１種が特に好適に用いられる。

【００３６】

なお、ここで反射防止機能を有しないとは、通常の反射防止処理で形成される“屈折率の異なる金属酸化物を交互に５層～７層積層した膜”（ＡＲ膜ともいう）とは異なり、光の表面反射率を低減する作用を有しないという言う意味である。このような反射防止機能を有しない酸化膜としては、単層又は１～３層の金属酸化物薄膜、互いに隣接する酸化物層の屈折率差が０．１以下である４層以上の積層構造を有する薄膜等を挙げることができる。

【００３７】

上記金属酸化物薄膜は、単層構造でも複層構造でもよいが、その厚さは０．００１～１μmの範囲であるのが好適である。この範囲よりも小さい膜厚のときには耐久性向上の効果が十分に得ることができず、また膜厚がこの範囲よりも大きいときには金属酸化物の薄膜層にクラックなどの外観不良が生じやすくなる。このような観点から金属酸化物薄膜の膜厚は０．０１～０．５μmであるのが特に好適である。

【００３８】

上記の金属酸化物薄膜の作製方法としては、特に限定されないが、蒸着法、スパッタ法、熱気相成長法、光気相成長法、ドライエッチング法などが挙げられる。これらの中でも、光学基材の耐熱性よりも低温で成膜しやすいという観点より、蒸着法が最も好適に用いることができる。なお、上記金属薄膜はフォトリソミック性光学基材の“フォトリソミック化合物が分散した樹脂からなる表面”（フォトリソ表面）の表面上に直接形成してもよいが、該フォトリソ表面上にプライマー層、ハードコート層、プライマー層及びハードコート層の積層並びにプライマー層、ハードコート層及びプライマー層の積層からなる群より選ばれる１種の層を形成してからその上に形成してもよい。さらには、フォトリソ表面上に直接金属酸化物薄膜を形成した場合には、該金属酸化物薄膜上にハードコート層を形成してもよい。図１では、フォトリソミック性光学基材２００のフォトリソ面２０２上にプライマー層４００及びハードコート層５００を介して金属酸化物薄膜３００の層を形成した態様を示している。

【００３９】

ハードコート層の形成は、通常のハードコートと特に変わる点はなく、シランカップリング剤やケイ素、ジルコニウム、アンチモン、アルミニウム等の酸化物のゾルを主成分とするハードコート液や、有機高分子体を主成分とするハードコート液を用いて形成すればよい。ハードコート層の膜厚は、通常１～５μmである。また、プライマー層には、通常の密着性向上や耐衝撃性向上を目的とするプライマーと特に変わる点はなく、エポキシ系、ウレタン系、アクリル系等のプライマーを用いても良い。形成は、スピンコーティングやディッピングにより塗布し、加熱することにより行なうことができる。プライマー層の膜厚は、通常１～５μmである。

【００４０】

以下、実施例を挙げて本発明を説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

【００４１】

実施例１

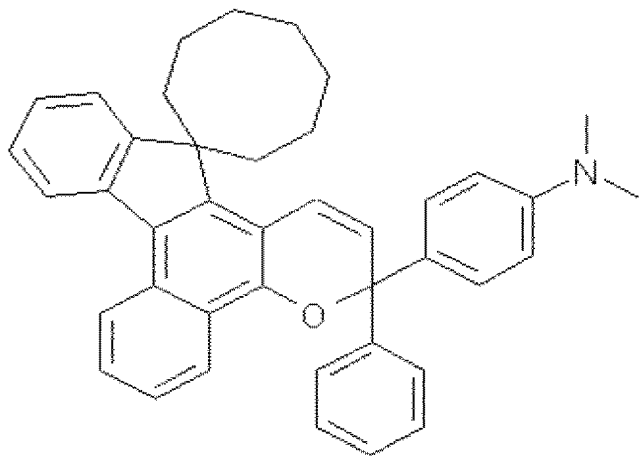
（１）フォトリソミック性光学基材の作製

レンズ基材としてＣＲ３９（アクリル樹脂プラスチックレンズ；屈折率＝１．５０）を用いた。このレンズ基材をアセトンで十分に脱脂し、プライマーとして竹林化学工業株式会社製湿気硬化型プライマー『プライマーＰＦＲ４』と酢酸エチルを重量比で９：１となるように調合し、窒素雰囲気下で均一になるまで充分に攪拌して用いたものをＭＩＫＡＳＡ製スピンコーター１Ｈ－ＤＸ２を用いて、スピンコートした。これを室温にて、２０分で硬

化してプライマー層を有するレンズ基材を作成した。また、フォトクロミック重合性組成物（フォトクロミックコート液）を次のような方法により調製した。即ち、ラジカル重合性単量体である 2，2-ビス（4-メタクリロイルオキシペンタエトキシフェニル）プロパン／ポリエチレングリコールジアクリレート（平均分子量 532）／トリメチロールプロパントリメタクリレート／ポリエステルオリゴマーヘキサアクリレート（ダイセルユーシービー社、EB-1830）／グリシジルメタクリレートをそれぞれ 50 重量部／15 重量部／15 重量部／10 重量部／10 重量部の配合割合で配合した。このラジカル重合性単量体の混合物 100 重量部に対して下記式

【0042】

【化2】

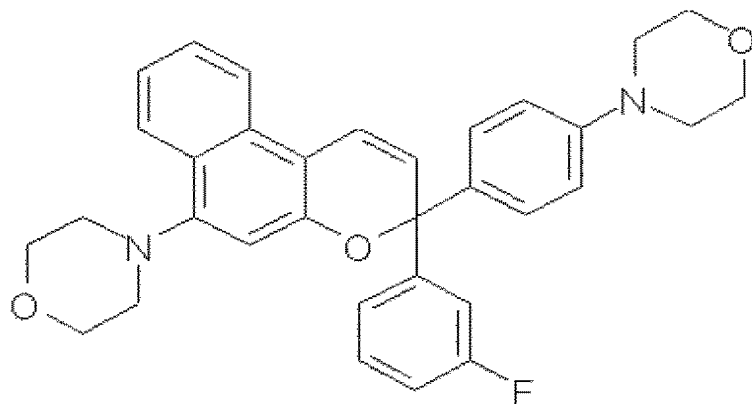


【0043】

で示される構造を持つフォトクロミック化合物を 2.35 重量部

【0044】

【化3】

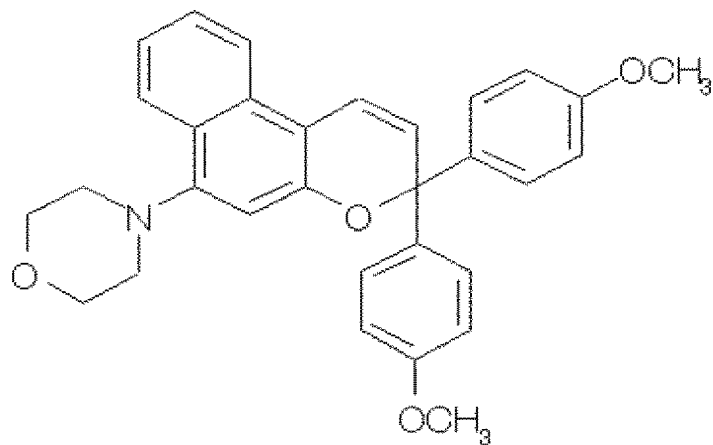


【0045】

で示される構造を持つフォトクロミック化合物を 0.2 重量部

【0046】

【化4】



【0047】

で示される構造を持つフォトクロミック化合物を1.6重量部加え、十分に混合した後に、重合開始剤であるCGI1800〔1-ヒドロキシシクロヘキシルフェニルケトンとビス(2,6-ジメトキシベンゾイル)-2,4,4-トリメチルーペンチルフォスフィンオキサイドの混合物(重量比3:1)〕を0.5重量部、安定剤であるビス(1,2,2,6,6-ペンタメチルー4-ピペリジル)セバケートを5重量部、シランカップリング剤であるγ-メタクリロイルオキシプロピルトリメトキシシランを7重量部添加し、十分に混合することにより調製した。

【0048】

続いて上記方法で得られたフォトクロミックコート液の約2gをMIKASA製スピナー1H-DX2を用いて、レンズ基材の表面にスピコートした。この表面がコートされたレンズを窒素ガス雰囲気中で出力120mW/cm²のメタルハライドランプを用いて、3分間照射し、塗膜を硬化させた後にさらに110℃の恒温器にて1時間加熱処理を行うことにより表面にフォトクロミックコート層を有する基材を得た。なお、得られたフォトクロミックコート層の膜厚は40μmであった。フォトクロミック基材の表面をハードコート膜で被膜するために、ハードコート液TS-56H(有機シリコン系ゾル; (株)トクヤマ製)をディッピングにより塗布し、120℃で2時間硬化した。このハードコート膜の膜厚は1.6μmだった。

【0049】

(2) 金属酸化物薄膜の作成

ハードコート膜を有するフォトクロミック基材の表面に酸化珪素の薄膜を蒸着法により成膜した。この蒸着膜の膜厚は0.02μmだった。

【0050】

(3) フォトクロミック特性の評価

得られたフォトクロミック性光学物品について以下の方法で各項目を評価した。結果を表1に示した。

【0051】

(3-1) 発色濃度(Abs.): 120秒間光照射した後の、590nmにおける吸光度(ϵ_{120})と、光照射していない状態の硬化体の該波長における吸光度(ϵ_0)との差($A_0 = \epsilon_{120} - \epsilon_0$)を求めこれを発色濃度とした。この値が高いほどフォトクロミック性が優れているといえる。

【0052】

(3-2) 耐久性: 光照射による発色の耐久性を評価するために次の劣化促進試験を行った。すなわち、得られたフォトクロコーディング層を有すレンズをスガ試験器(株)製キセノンウェザーメーターX25(フェードメーター)により50時間促進劣化させた。

。その後、前記発色濃度の評価を試験の前後で行い、試験前の発色濃度（ A_0 ）および試験後の発色濃度（ A_{50} ）を測定し、 $\{ (A_{50}/A_0) \times 100 (\%) \}$ の値を残存率とし、発色の耐久性の指標とした。残存率が高いほど発色の耐久性が高い。

【0053】
（3-3） 黄色度（イエローインデックス； YI ）：上記と同様の劣化促進試験を行ない、レンズ試料の発色前（フォトクロミック化合物が未発色の状態）における黄色度の変化を評価した。黄色度の変化（ ΔYI ）は、劣化促進試験前の黄色度を YI_0 とし、劣化促進試験後の黄色度を YI_{50} として $\Delta YI = YI_{50} - YI_0$ により求めた。なお、黄色度の測定は、スガ試験機（株）製の色差計（SM-4）を用いて測定した。 YI 値が高いほど、黄色度が強く、 ΔYI 値が大きいほど、劣化前後での黄変度が大きいことを示す。

【0054】
実施例 2
金属酸化物を酸化チタンに変更した以外は実施例 1 と同様にしてフォトクロミック積層体を製造し、そのフォトクロミック特性を測定した。その結果を表 1 に示した。

【0055】
比較例
金属酸化物薄膜を有さない他は実施例 1 と同様にしてフォトクロミック積層体を作製し、そのフォトクロミック特性を測定した。その結果を表 1 に示した。

【0056】
【表 1】

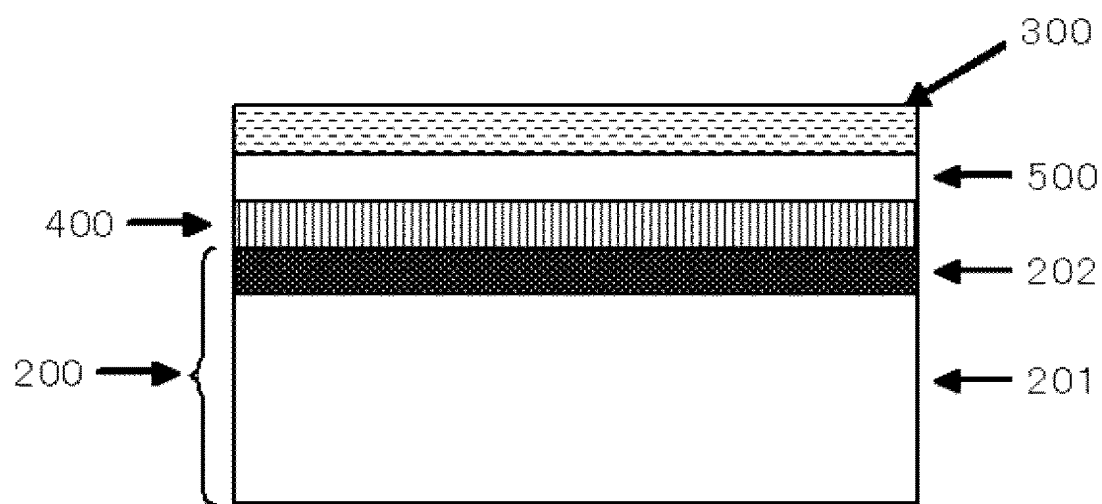
	評価結果					
	YI_0	YI_{50}	ΔYI	A_0	A_{50}	残存率
実施例1	3.3	5.5	2.2	0.87	0.67	77%
実施例2	3.5	5.6	2.1	0.71	0.58	81%
比較例	3.4	13.4	10.0	0.88	0.64	73%

【図面の簡単な説明】
【0057】
【図 1】 本図は、代表的な本発明の光学物品の断面図である。

- 【符号の説明】
【0058】
100・・・本発明の光学物品
200・・・フォトクロミック性光学基材
201・・・フォトクロミック化合物を含有しない光学基材
202・・・フォトクロミック化合物が分散した樹脂からなる表面（フォトクロ面）
300・・・反射防止機能を有しない金属酸化物薄膜層
400・・・プライマー層
500・・・ハードコート層

【書類名】 図面

【図 1】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 コーティング法で得られるフォトクロミックプラスチックレンズのように、フォトクロミック化合物が分散した樹脂からなる表面を有するフォトクロミック性光学基材を主要部材としてなる光学物品に於いて、優れたフォトクロミック特性を維持しつつ分散したフォトクロミック化合物の耐久性を向上させること。

【解決手段】 上記フォトクロミック性基材のフォトクロミック化合物が分散した樹脂からなる表面上にシリカ薄膜等の反射防止機能を有しない金属酸化物薄膜を形成する。

【選択図】 図 1

出願人履歴

0 0 0 0 0 3 1 8 2

20030423

住所変更

山口県周南市御影町 1 番 1 号

株式会社トクヤマ